

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 3月31日現在

機関番号：15401

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560125

研究課題名（和文） 新しい粉末冶金法による金属・セラミックス生体インプラントのオンデマンド複製

研究課題名（英文） On-demand Duplication of Medical In-Plant Metallic and Ceramic Parts by Newly Developed P/M Process

研究代表者

鈴木 裕之 (Hiroyuki Suzuki)

広島大学・大学院工学研究院・准教授

研究者番号：90284158

研究成果の概要（和文）： 生体インプラントや人口歯として利用される一品ずつ形状と寸法が異なった製品をオンデマンドで複製する技術を、新しい粉末成形・焼結法と樹脂による転写型技術の組み合わせで実現した。粉末成形型を作製する途中で超臨界ガス含浸法により樹脂を発泡させ、これにより焼結中の寸法収縮を防ぐ方法を開発した。また薄肉のシェル型で型崩壊無く粉末成形が可能になる埋設成形法や、樹脂の熱分解によるストレスフリー脱型法などを適宜開発し、欠陥のないアルミナ質焼結体が得られるようになった。

研究成果の概要（英文）： An On-demand Duplication Technology of Complex Shaped Metallic and Ceramic parts is Developed. This process is realized by combining new powder compaction technology and resin replica molding technique. The shrinkage during sintering is compensated by swelling resin mold by hyper-critical gas impregnating technique. The development of buried compaction of shell type (namely, very thin) molds realizes flaw-less powder compaction by High-speed centrifugal compaction process. Moreover, this shell type molds makes much easier to by thermally decomposition so that a sores-free mold release is also possible. Flawless alumina parts can be duplicated by the developed process.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,200,000	660,000	2,860,000
2010年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2011年度	500,000	150,000	650,000
年度			
年度			
総計	3,700,000	1,110,000	4,810,000

研究分野： 機械工学，機械材料工学

科研費の分科・細目：機械工学，生産工学・加工学

キーワード： 高速遠心成形法，人工骨，人工歯，オンデマンド成形，ネットシェイプ成形，超臨界ガス含浸，アルミナ焼結体，ストレスフリー脱型

1. 研究開始当初の背景： 生体インプラント材料として使われる人工歯や人工骨は、患者ごとに形状・寸法が異なっている方が好ましい。しかし現状では、生体から樹脂印象法などで取得した型から形状・寸法まで一致し

た製品を、特にセラミックスやチタンといった特殊材料で安価に複製することが難しい。

一方、本研究室では複雑形状品を複製する点で原理的に優れている「高速遠心成形法（High-speed Centrifugal Compaction

Process, 以下 HCP, 図 1)」を開発しており、この技術の応用により、生体材料を中心とした、一品ずつ形状が異なった金属・セラミックスの製品をオンデマンドで複製できる可能性がある。

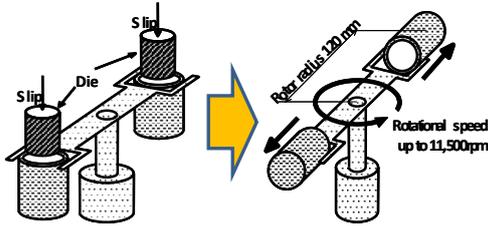


図 1 本研究室によって開発された高速遠心成形法 (HCP) の模式図

2. 研究の目的： 本技術を完成する上での最大のハードルは、焼結中の収縮を補償する点にある。生体から印象した樹脂型を元に粉末成形体を作っても、焼結時には必ず寸法が収縮してしまう。そこで本研究は、樹脂を転写しながら型作製するプロセスの途中に、型を発泡膨張させるプロセスを組み合わせ、これにより元型より大きな粉末成形体を作ることにより、焼結後の製品の寸法を元型と一致させる技術に着想した (図 2)。この技術の実現が、本研究の主目的となる。



図 2 型どり工程の途中で樹脂型を膨張させ、大きな成形体を得て焼結収縮を保障する

3. 研究の方法： 樹脂を膨張させる技術として、超臨界ガス含浸発泡法を採用した。

超臨界ガス含浸発泡法の模式図を図 3 に示す。樹脂のサンプルを高温、高圧で超臨界状態の窒素ガス中におくと、ガスが固溶する。これを常温、常圧化に戻すと、試料内のガス成分が非平衡化して、気泡として生成する。条件を制御すると、樹脂全体を等方的に発泡させることが出来る。

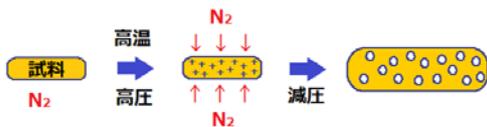


図 3 超臨界ガス含浸発泡法

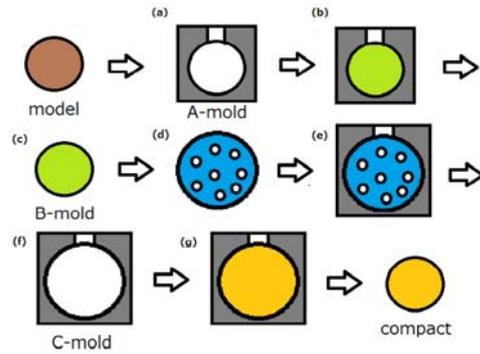


図 4 研究当初に想定したプロセス

本研究ではこの方法を実現するために、新規の圧力容器を開発しこれに様々な樹脂を入れ膨張特性を確認した。またプロセス全体を i) 元形から HCP 用成形型までの作製, ii) HCP による樹脂型成形, iii) 樹脂型からのストレスフリー脱型, iv) 脱脂および焼結, の 4 項目に大きく分けて、それぞれについて一般的に研究開発を行った (図 4)。

4. 研究成果： まず、発泡に使う樹脂として約 10 種類の材料を、樹脂自体の成形法 (射出法, 溶剤揮発法) などと組み合わせることで、射出法で成形したポリスチレンに窒素を含浸することで、最も容易かつ柔軟に樹脂を発泡させることが出来た (図 5)。

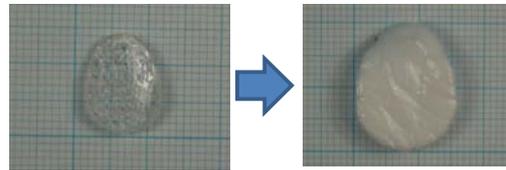


図 5 ポリスチレン樹脂の発泡例

この樹脂を中心に据えて、以下の研究を行った。i) の元形から HCP 用成形型の作製に関しては、歯科技工士が行っている現在の技術をベースとして、印象型 (ロウ) →石膏型 (メス型, 既存の歯科技術) →発泡型 (オス型, 射出成型) →超臨界ガス含浸発泡 (オス型) →成形型 (メス型, エポキシ樹脂) →成形中の発泡型除去 (溶剤法) という一連の樹脂転写技術を完成した。これが図 4 のプロセスにあたる。

次に ii) の HCP 成形に関しては、通常の圧肉の樹脂成形型を用いると、成形後のストレスフリー脱型時に大きな負荷が掛かることが分かったので、発泡型を成形型樹脂に浸けて取り出して乾燥する、いわゆるディップ法により、薄膜のシェル型として作製することにした (図 6)。

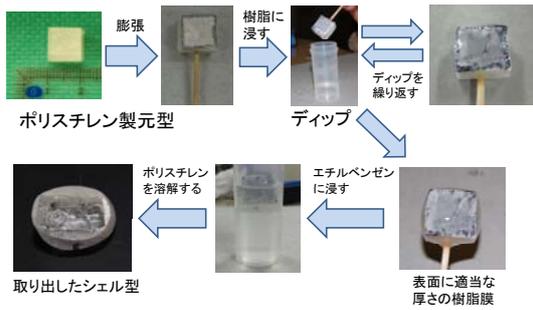


図6 ディップ法による成型型の作製

この方法による成型型は強度が弱いため通常のHCPでは崩壊してしまう。そこで、シェル型自体をHCP中の泥漿中に埋設しながら成形する「埋設成形法」を開発した。この成形法概念図を図7に示す。HCP中には薄シェル型の内面と外面に静水圧が掛かる。型が薄いほど、これらの内圧と外圧の差が少なくなり、結果としてシェル型の崩壊を防ぎながら成形が出来るようになった。

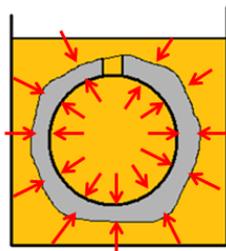


図7 シェル型のHCP埋設成形

続いて iii) ストレスフリー脱型に関しては、熱脱脂法を採用したが、成型型樹脂の熱分解特性が成形体中の樹脂よりも高温にある場合に成形体が割れることが分かった。ま

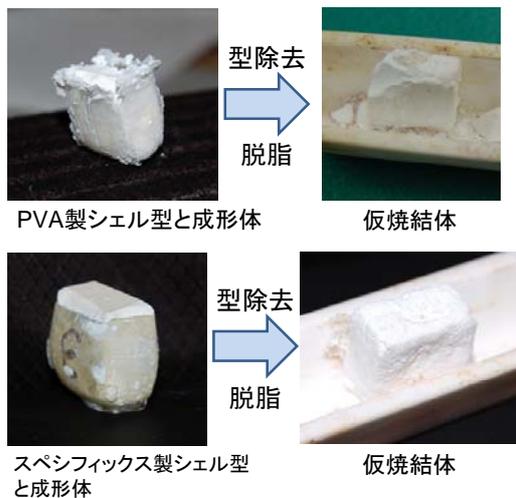


図8 熱脱脂法によりストレスフリー脱型に成功したシェル型と仮焼結体の外観

た、樹脂の熱分解特性が優れず、残留炭化物が多い場合にも、成形体の割れや成形体中への炭素コンタミが見られることが分かった。このためため、約10種類の樹脂の熱分解挙動をTG-DTAにより調査し、結果として出来るだけ熱分解温度が低く、また残留炭素分の少ない樹脂系を見出すことに成功した(図8)。

さらに、成型型と粉末成形体の熱膨張差が大きいと成形体が割れることが分かったため、成型型樹脂にアルミナフィラーを混入し、これにより成型型と粉末成形体の熱膨張率を近づけ、製品の割れを防ぐ方法も合わせて開発した。結果として、ほぼ割れが無い形で、脱型が出来るようになった。

最後に iv) の脱脂・焼結については、前述の i) ~ iii) までの技術を洗練することで、少なくともアルミナ質焼結体に関しては、ほぼ割れなく焼結製品が得られる段階まで開発は進んだ。ただし、成型型の樹脂中に、おそらく硬化促進剤として混入していた金属イオンの影響を受けて、焼結体に着色が生じた。また、成形体の寸法と形状の精度に問題が残された。



PVA製シェル型での仮焼結体と焼結体



スペシフィックス製シェル型での仮焼結体と焼結体

図9 焼結体の外観(一部着色している)

以上、全体としては、当初の研究計画の約70%を完成したと考えられる。ただし、本研究期間中に、実際の医療現場で応用可能なレベルのパイロット製品を供する段階までには至らなかった。

本研究で開発した、形状と寸法を補償できるオンデマンド金属・セラミックス複製技術は、歯科技工士などが持つ既存のインフラでほぼ実現できる方法であり、特にCAD・CAE等の数値制御技術を必要としない点で画期的である。今後は、プロセス全体の洗練を進め、近い将来において、医療現場において検証が進むレベルまで本複製技術を高めてい

きたいと考えている。

5. 主な発表論文等（研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線）

〔雑誌論文〕（計1件）

1) H. Y. Suzuki: “Observation of Settling Behavior of Particles in Slurry under Centrifugal Force”, J. Jpn. Soc. Microgravity Appl. Vol. 28 No. 2 2011 (S84-S88) 査読有り

2) H. Y. Suzuki: “Sedimentation Behavior of Mixed Powder Slurry under High-speed Centrifugal Force”, Materials Science Forum, Vols. 631-632 (2010)361-366. 査読有り

〔学会発表〕（計2件）

1) 鈴木裕之: “金属/セラミックス複雑形状品のオンデマンド製造”, 日本金属学会・日本鉄鋼協会中四国支部第38回材質制御研究会, 広島大学, (2010.2.17).

2) 鈴木裕之: “セラミックス鑄込み成形と金属射出成形のハイブリッドとしての高速遠心成形法”, 第22回射出成形技術・評価研究会, メルバルク京都, (2010.11.19).

〔その他〕

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

鈴木 裕之 (Hiroyuki Suzuki)

広島大学・大学院工学研究院・准教授

研究者番号：90284158

(2) 研究分担者

()

研究者番号：

(3) 連携研究者

()

研究者番号：